

TRANSLATION

Laid-open (KOKAI) Patent Publication No. 56-112449

Laid-open Date: September 4, 1981

Request for Examination: not yet made

Patent Application No. 55-14090

Application Date: February 6, 1980

Inventor : Osamu Kawamoto

Applicant : TDK CORPORATION
13-1, NIHONBASHI 1-CHOME
CHUO-KU, TOKYO

Title of the Invention: Method for Processing Amorphous
Magnetic Alloy Material

Claim:

Method for processing amorphous magnetic alloy material, comprising applying or inducing a magnetic field to or in amorphous magnetic alloy material having the composition represented by the following formula while keeping the material at a lower temperature than the Curie temperature and crystallization temperature, and rotating the applied or induced magnetic field so that an induced magnetic anisotropy is made to be substantially isotropic, thereby obtaining amorphous magnetic alloy material having the composition represented by the following formula which has substantially no magnetic anisotropy and is isotropic,

Formula : $M_p T_q (Zr_k Y_l)_r$

[where M represents at least one selected from Fe, Co and Ni, T at least one transition element other than those of iron group and Y at least one glass-forming element. And, p, q, r, k and l have the relationships, $p + q + r = 100 \text{ at\%}$, $k + l = 100\%$, $0 \leq q \leq 10 \text{ at\%}$, $5 \leq r \leq 30 \text{ at \%}$, and $0 < k \leq 100\%$].

BEST AVAILABLE COPY

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭56-112449

⑫ Int. Cl.³

C 22 F 3/02

C 21 D 6/00

識別記号

庁内整理番号

7109-4K

7047-4K

⑬ 公開 昭和56年(1981)9月4日

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 10 頁)

⑭ 非晶質磁性合金材料の処理方法

1号東京電気化学工業株式会社
内

⑮ 特 願 昭55-14090

⑯ 出 願 人 東京電気化学工業株式会社

⑰ 出 願 昭55(1980)2月6日

東京都中央区日本橋1丁目13番
1号

⑱ 発 明 者 河本修

東京都中央区日本橋一丁目13番

⑲ 代 理 人 弁理士 石井陽一

明 細 書

1. 発明の名称

非晶質磁性合金材料の処理方法

2. 特許請求の範囲

下記式で示される組成を有する非晶質磁性合金材料に対し、ヤニリー一点および結晶化温度より低い温度に保持した状態で、磁場を印加または誘起せしめ、しかも誘導磁気異方性が実質的に等方的となるように、当該印加または誘起される磁場を回転させ、下記式で示される組成を有し、しかも実質的に磁気異方性を有さず等方的である非晶質磁性合金材料を得ることを特徴とする非晶質磁性合金材料の処理方法。

$$\text{式 } M_p T_q (Z_r k Y_L)_r$$

[式中、MはFe、CoおよびNiから選択された1種以上であり、Tは鉄族以外の遷移元素の1種以上であり、Yはガラス化元素の1種以上である。又、p、q、r、kおよびLは $p+q+r=100\text{at}\%$ 、 $k+L=100\%$ 、 $0 \leq q$

$\leq 10\text{at}\%$ 、 $5 \leq r \leq 30\text{at}\%$ 、 $0 < k \leq 100\%$ なる関係を有する。]

3. 発明の詳細な説明

本発明は非晶質磁性合金材料の処理方法に関するものである。

近年、新しいタイプの軟磁性材料として、非晶質磁性合金が大きな注目を集め、活発な研究が行われている。

金属は、通常、固体状態においては原子が規則配列状態をとる結晶として存在しているものであるが、ある種の合金組成を、例えば $10^4 \sim 10^6 \text{ } ^\circ\text{C} / \text{sec}$ という大きい速度で冷却凝固させた場合、固体状態でも液体状態に類似した原子配列をもつ非晶質の合金が得られる。この非晶質合金は、X線回折や電子線回折によっても、結晶構造を示すような回折は得られず、結晶質とは構造的に異なる長距離規則性を持たない原子配列を有するものである。このような非晶質合金からなる磁性合金は、通常の結晶質とは異なり結晶磁気異

磁性を有さず、又、保磁力(Hc)が小さく、すぐれた軟磁性が期待され、しかも電気抵抗が大きく、硬度が高く、薄板加工等の加工性が良好で、製造方法も容易かつ安価である等の、種々の軟磁性材料としてのすぐれた特性と使用上の有利さをあわせ持つものである。

従来、このような非晶質磁性合金としては、鉄族元素成分としてFe、Co、Niを含み、これにSi、B、C、P等のガラス化元素を含むものが知られている。これらはその組成に応じた特性を有し、その特性に応じた用途が考えられ、一部実用化されている。例えば、鉄族元素としてFeを主成分とするFe系は、磁歪は大きい、飽和磁束密度(Bs)が大きく、コストが安いという点から、トランス材としての用途に通じている。又、鉄族元素としてCoを主成分とするCo系は、Fe系よりもBsは低く、コストが高いが、磁歪等の組成が得られるので、磁気ヘッド用材料に通じている。

未だ元分満足できる特性を得るには至っていない。

ところで、透磁率あるいは磁気損失は、その材料に対する処理の履歴によつて変化することが知られている。

従来行われてきた非晶質磁性合金材料に対する処理法の一つとして、熱処理焼鈍がある。この熱処理焼鈍は、液相から迅速冷却して非晶質磁性合金材料を得た後に施すものであり、熱処理としては、磁場中で、合金のキュリー点(Tc)以上、結晶化温度(Tcry)未満の温度に加熱保持した後冷却し、これにより、磁急冷による薄板製造の頃の内部歪を除去するとともに、透磁率を高めるものである。しかし、この熱処理は、 $T_c > T_{cry}$ の合金に対しては施すことができないという欠点がある。この場合、特に、ガラス化元素としてZrを含む非晶質磁性合金材料においては、例えば高保磁力記録媒体に対する記録用磁気ヘッドに最低限必要とされる $B_s = 10 \text{ MG}$ 以上の組成

しかし、このようなSi、B、C、P等の1.5以上のガラス化元素を含んでなる従来の非晶質磁性合金は、その軟磁性特性が良好なものでは、結晶化温度が比較的高く、その特性が落ち、あるいはそれに取扱いが困難であるという欠点がある。

これに対し、最近、ガラス化元素として、Zrを単独、または他のガラス化元素を併用して含む非晶質磁性合金材料が提案されている。その代表的組成を挙げるならば、例えば $(\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10})_{90}\text{Zr}_{10}$ や、 $(\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10})_{90}\text{Zr}_{10}$ 等である。このようなZrをガラス化元素として含む非晶質磁性合金は、実用上満足しうるBsを持つ組成が得られ、又磁歪等の組成が得られ、しかも結晶化温度が従来のものと比べ格段と高く、上記のような欠点が改善されたものである。

しかし、このようなガラス化元素としてZrを含む非晶質磁性合金材料も、そのまゝの状態では、透磁率あるいは磁気損失の点では、

では $T_c > T_{cry}$ となつてしまい、高Bs材の透磁率向上のための技術とはなり得ないことになる。一方、Zr系の合金であつても $T_c < T_{cry}$ のものはあり、それは実用材料として使用可能なものではあるが、そのような材料について、このような熱処理焼鈍を施したとき、確かに透磁率は向上するものではあるが、熱処理後急冷したり、複雑な冷却温度コントロールを行つたりしなければならず、冷却時に内部歪が生じ、このため特に初透磁率は、格段すぐれた値が得られるわけではない。

これに対し、超急冷法によつて得られた薄板を、磁場中で熱処理する技術が、特開昭51-73923号公報、同52-114421号公報等に開示されており、この磁場中の熱処理により、最大透磁率 μ_m が格段と向上する旨が記載されている。この場合、熱処理温度は結晶化温度以下であり、磁界は誘導方向として一定の磁界軸方向のみから印加されている。このように、熱処理にあたり一定方向か

ら磁界を印加すれば、非晶質磁性合金薄板中には磁界印加方向を容易軸とする一軸性の誘導磁気異方性が生起する。このようなとき、誘起された磁化容易軸に磁化は配向しやすく、このため残留磁束密度(B_r)は大きくなる。そこで、このとき逆方向に磁界を印加すると、磁化と磁界のエネルギーを減少させるため、 180° 磁歪の移動により、容易に磁化反転がおこり、保磁力(H_c)は小さいものとなる。従つて、上記のごとく残留磁束密度(B_r)は大きくなるので、静磁化特性としての最大透磁率 $\mu = B_r / H_c$ が増大するのは当然のことである。しかし、Zr系の非晶質磁性合金材料に対しこのような磁場中熱処理を施し、磁気特性を測定したところ、交流下での透磁率は減少することが確認された。すなわち、 10^{-4} T程度の磁場下の透磁率(μ_{10})、すなわち突効透磁率も大きくは増大しないのである。又、磁気損失もさして減少しない。

本発明はこのような実状に鑑みなされたも

転させることにある。

$$\text{式 } M_p T_q (Zr_k Y_\ell)_r$$

ここに、MはFe、CoおよびNiから選択された1種以上であり、Tは鉄族以外の遷移元素の1種以上であり、Yはガラス化元素の1種以上である。又、p、q、r、kおよび ℓ は、 $p+q+r=100\text{at}\%$ 、 $k+\ell=100\%$ 、 $0 \leq q \leq 10\text{at}\%$ 、 $5 \leq r \leq 30\text{at}\%$ 、 $0 < k \leq 100\%$ なる関係を有する。

本発明によれば、合金材料中には磁気異方性が局所的にも存在せず、それに伴い、磁歪移動の制約係数が減少し、又局所的にも異方性がなくなる結果、遠隔磁区構造をとりやすくなり、透磁率の動的特性値、特に初透磁率、突効透磁率の減少が阻止されるのみならず、逆に格段と向上し、又その静的特性値も格段と向上する。しかも磁気損失も格段と減少するものである。又、磁歪率磁歪や、高Ba組成の $T_c > T_{cry}$ のZr系合金についても本発明を適用することができ、そのとききわめて

のであつて、ガラス化元素としてZrを含む非晶質磁性合金材料に対し、その透磁率、すなわちその動的および静的特性値が向上し、又その磁気損失を減少せしめることができ、Zr系材料を実用材料として使用し得るようになることのできる処理方法を提供することを主たる目的とする。

本発明者は、このような目的につき鋭意研究を行った結果、ガラス化元素としてZrを含む非晶質磁性合金材料に対し、所定の磁場中熱処理を施して、合金材料中の誘導磁気異方性を実質的に等方的にしたとき、このような目的が実現することを見出し、本発明をなすに至つたものである。

すなわち本発明は、下記式で示される組成を有する非晶質磁性合金材料に対し、キュリー点および結晶化温度より低い温度に保持した状態で、磁場を印加または誘起せしめ、しかも誘導磁気異方性が実質的に等方的になるように、この印加または誘起される磁場を回

大きい透磁率の向上と磁気損失の減少を図ることができる。このため、磁歪が小さく、高磁和密度で高透磁率を有する等、磁気ヘッド用材料等の実用材料としてきわめてすぐれた特性を得ることができる。更に $T_c < T_{cry}$ のZr系合金についても、 T_c 以下の比較的低温における加熱処理が可能となり、しかも加熱処理後の徐冷が可能となり、そのような場合にも透磁率、磁気損失を格段と向上せしめることができる。

以下本発明の処理方法を詳細に説明する。

本発明を適用する非晶質磁性合金材料は、ガラス化元素として、Zrを単独または他のガラス化元素と併用して含むものであり、上記の式で示される組成を有するものである。

上式における各記号の示す意味は上述したとおりであるが、少なくとも1種の鉄族以外の第1～第3遷移系列中の元素Tとしては、Nb、Mo、Ti、V、Cr、Aln、Cu、Zn、Ta、W、Au、Ag、Pd、Rh、Ru、等の1

種以上を、その代表的な例として挙げる事ができる。この場合、Tの原子比 q は、0-5 at %であることが好ましい。

一方、Yで表わされる1種以上のガラス化元素としては、Si、B、P、C、Ge、Sn、Ga、In、Sb、Al等の1種以上を挙げる事ができ、特にSi、P、Bの1種以上であることが好ましい。この場合、この他のガラス化元素とZrとからなるガラス化成分中の他のガラス化元素比 h は、0%以上100%未満の範囲で広範囲の範囲の中から適宜選択することができるが、概ね、0-90%であることが好ましい。このような範囲においては、Teryが十分高く、高いTeryに起因する利点を享受することができるからである。

なお、ガラス化成分の原子比 r としては、5-30 at %であるが、8-30 at %であることがより好ましい。このようなとき、合金の非晶質化度が良好となり、又Tcが十分大となるからである。そして、このとき、M

状、寸法等、マイクロ等の冷却体の形状、寸法、材質等は公知の超急冷法における条件範囲の中から適宜決定すればよい。又、合金の熔融に就しては、アルゴン等の不活性ガス中で行うか、あるいは不活性ガスを流入させながら行うことが好ましいが、この融液の噴出は、不活性ガスあるいは空気のいずれの雰囲気に対して行ってもよい。

なお、このような非晶質磁性合金薄膜は、上述のように一般に5-200 μ m、特に20-60 μ m程度の厚さであればよく、通常連続薄膜状であるが、その寸法は種々であつてよい。

一方、後述する本発明の処理を施される非晶質磁性合金材料は、気相から超急冷され薄膜として形成されたものであつてもよい。気相から超急冷するには、種々の基板、例えば石英ガラス、アルミナ、炭素等の上に、スパッタリングにより非晶質磁性合金薄膜を形成すればよい。スパッタリングにおける諸条件は、公知の条件における中から適宜決定して

はFe、CoおよびNiの1-3種からなり、その組成比は種々の組成比であつてよい。

このような組成からなる非晶質磁性合金材料は、細線あるいは薄膜であつてもよいが、通常は5-200 μ mの厚さを有する薄膜である。

このような非晶質磁性合金材料は、対応する材料を、液相または気相から超急冷することによつて、実質的に非晶質の薄膜、薄線等として得られる。

液相から超急冷して非晶質磁性合金薄膜を得るには、対応する組成の合金を溶解して融液となし、この融液を熔融状態から概ね 10^4 $^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 以上、通常 $10^4 \sim 10^6$ $^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ の冷却速度で超急冷し、冷却凝固させることによればよい。熔融状態の合金融液を超急冷するには、公知のマイクロ法、片ロール法、あるいはインサイドインジェクション法等種々の方式に従えばよい。従つて、合金の熔融条件、合金融液の噴出条件、噴出の線のノズルの形

用いられればよい。これにより、基板上面には、厚さ500 \AA - 2 μ m程度の非晶質磁性合金薄膜が形成される。このようにして得られる薄膜は次の工程においてそのまま用いることができるが、場合によつては薄膜を基板から剝離して用いることもできる。

この後、このようにして得られた薄膜または薄膜等を、そのキュリー点以下でしかも結晶化温度以下の温度に保持した状態で磁場を印加し、あるいは誘起せしめ、しかもこの印加または誘起せしめられた磁場を回転させ、誘導磁気異方性が実質的に等方的となるようにして、しかる後冷却する。

この場合、このような磁場中熱処理を施す非晶質磁性合金材料は、上に述べたようにして得られた長尺の連続薄膜であつてもよく、又、所定長に切断され、あるいは所定形状となした薄片や薄膜であつてもよく、更には薄膜から円状に巻かれ、例えば巻磁心として形成した後得られた薄膜であつてもよく、その後処理

時の形態は種々のものが可能である。

本発明におけるこのような磁場中熱処理の温度としては、上に述べた方法によつて得られた薄板または薄膜状等の非晶質磁性合金の結晶化温度より低い温度に保持しなければならない。非晶質磁性合金としての軟磁性特性が失われてしまうためである。同時に、その保持温度は、キュリー点より低い温度でなければならない。キュリー点以上では自発磁化が発生せず、誘導磁気異方性が発生しないからである。一方、保持温度の下限としては、一般に100℃以上、より好ましくは150℃以上とすることが好ましい。

又、保持時間は、一般に500時間以内、好ましくは1分～500時間程度である。加熱方式としては、抵抗式の電気炉中で行う他、高周波加熱や赤外線加熱を施したり、その他種々の方式が可能である。

このような温度保持の条件下で、薄板または薄膜には磁場を印加または誘起せしめる。

磁場、あるいはそれらの合成磁場の強度としては、一般に、磁性合金をその長手方向においてほぼ飽和させる2000e程度またはそれ以上を実効的に印加することがよい。ただ薄板巾方向においてはこれ以下の磁場で飽和し、又その長手方向においては、薄板または薄膜の厚みや、その表面に存在する凹凸に基づく反磁界を考慮に入れると、概ね5000e以上、より好ましくは10000e程度以上とすることが好ましい。

なお、磁場発生源としては、公知の電磁石、ヘルムホルツコイル、ソレノイドコイル、永久磁石等の外部磁界の1つまたは2つ以上を用いる他、薄板等に電流を流すことにより磁場を誘起せしめる等の方法が可能である。

本発明においては、上に述べた印加または誘起による磁場、あるいはそれらの合成磁場の、薄板または薄膜の面方向、すなわち薄板または薄膜の上面または下面と平行な面方向における成分を、上述の加熱温度に実質的に

この場合、印加または誘起せしめる磁場は、その磁場強度が直流状である場合であつても又、交流的に変化する場合であつてもよく、更には連続的に発生してもパルス的に発生するものであつてもよい。又、印加または誘起せしめる磁場は、その磁場発生源が2以上あり、その2以上の発生源からの合金磁場が非晶質磁性合金材料に印加または誘起せしめられるようにしてもよい。一方、印加または誘起せしめる磁場、あるいはこれが2つ以上あるときにはその合成磁場は、後述する磁場の回転にあたり、薄板または薄膜の上面または下面の面方向とほぼ平行とすることが効率その他の点から一般的である。ただ、このような磁場はこの上面または下面における面方向成分を有すればよいので、磁場としては、これらに対し傾斜して印加してもよい。ただし、面方向と直角にしたときには、面方向成分が存在しないので、所定の効果を期待することはできない。又、誘起または印加せしめる磁

保持されている状態において、少なくとも180°回転させ、誘導磁気異方性を実質的に等方的にする。この回転は、磁場の面方向成分が全体で少なくとも1回転しさえすれば、磁界の面方向成分が一定方向のみに所定角ずつ連続的または間けつ回転する場合のみならず、正逆アトランダムに連続的または間けつ回転変化し、結果として少なくとも180°回転するような場合であつてもよい。すなわち、印加または誘起される磁場あるいはそれらの合成磁場が連続的または間けつ的に少なくとも半回転すれば、結果として誘導磁気異方性は連続的または間けつ的に1回転し、その回転の結果、誘導磁気異方性が等方的となり、このため、正逆アトランダムに回転させてもその目的は達せられるからである。ただ用いる装置の構成の簡易さという点では、一定方向に連続的または間けつ的に回転するように構成した方がよく、そのとき加熱保持中における上記180°を単位とする回転数としては、

1回以上ならどうであつてもよい。

なお、このような回転を連続的にではなく、間けつ的に行うには、磁場の保持時間に対し、磁場の回転移動時間を十分大とする必要がある。

このような磁場の回転を行うには、印加または誘起せしめる磁場、あるいはこれらが2以上あるときにはその合成磁場を回転させてもよく、又薄板等の材料を回転させてもよく、更には両者を回転させてもよい。この場合、薄板等の面に対する印加磁場の入射角は、通常この回転に際し、一定に保持することになるが、場合によつては入射角を回転に際し連続的に変化させてもよい。

このような磁場中加熱処理を施すには種々の手段によることができる。例えば、薄板を所定長さあるいは所定形状となし、これに薄板面とはほぼ平行な磁場軸を有する外部磁場を印加しつつ、薄板を連続的または間けつ的、好ましくは連続的に回転したり、あるいは外部

磁場との合成磁場を回転させる方法によることもできる。

以上詳述したようにして、加熱保持状態において磁場処理を行つた後、薄板または薄膜は冷却される。この冷却は磁場印加を停止した後行つてもよいが、上に述べた磁場中で行うことが好ましい。又、冷却速度としては種々変更可能であるが、一般に徐冷することが好ましい。

なお、以上詳述したような磁場中熱処理は真空中で行つても、又不活性ガス中に行つても、更には空気中に行つてもよい。又、処理を施す材料薄板または薄膜等の形状、寸法には種々変更が可能であるが、処理効率という点からは形状異方性の少ない形状、例えば円板形状あるいは巻磁心形状等とすることが好ましい。

以上詳述した本発明の磁場中熱処理に用いる装置の好ましい1例が第1図に示される。第1図において非晶質磁性合金材料、すなわ

磁場の磁場軸を連続的または間けつ的、好ましくは連続的に回転したり、更には両者を併用したりすることもある。あるいは、通常直交する2つの外部磁場中を、長尺連続薄板を連続的に移動せしめ、その際2つの外部磁場の大きさを所定のごとく変えることによつて、2つの外部磁場の合成磁場の向きを好ましくは連続的に回転させる等の方法によつてもよい。又、薄板から巻磁心を形成したのち、例えば巻磁心および外部磁場相方を回転させ、上記のような回転を行つたり、例えば巻磁心に巻線を施し、同時に巻磁心に通電し、巻線または巻磁心に通電する電流を変化させ、この巻線による印加磁場と通電によつて誘起される磁場との合成磁場を回転させる等の方法によつてもよい。更には、薄板を巻磁心となし、巻磁心に巻線を施し、又巻線を施した巻磁心を外部磁場中に配置し、巻線通電電流と外部磁場との少なくとも一方を所定のごとく変化させ、巻線により発生する磁場と、外部

にその薄板または薄膜1は架台5上に設置される。架台5は、図示しないモーターにより、図矢印a方向に連続回転可能となされている。一方、架台5は電気炉4中に収納され、電気炉4により架台5上の非晶質磁性合金材料1は一定の温度に加熱保持可能となしてある。更に、電気炉4外部には電磁石21、23が配置され、非晶質磁性合金1の面方向に磁場印加可能となしてある。

このような構成において、電気炉4に通電し、非晶質磁性合金1を所定の温度に加熱保持し、しかも架台5を矢印a方向に連続的に回転しつつ、所定時間電磁石21、23により磁場を印加する。この後、電気炉を断とし冷却すれば、非晶質磁性合金中に誘起される磁気異方性は、局所的にも等方的となり、本発明所定の効果が実現することになる。

一方、第2図には別の例が示される。第2図においては、非晶質磁性合金材料として長尺の連続薄板15を用い、これに対し本

発明の処理を連続的に施している。この場合、ソレノイドコイル26と、ヘルムホルツコイル251, 252とが図示のように配置され、この両コイル26; 251, 252内には電気炉4が配設され、この電気炉4内を連続薄板15が図矢印方向に連続的に移送される。従つて、電気炉4内において、連続的に移送される薄板15の面内巾方向には、ヘルムホルツコイル251, 252により磁場 H_1 が、又面内長手方向には、ソレノイドコイルにより磁場 H_2 が、それぞれ連続的に印加されることになる。一方、この磁場 H_1 および磁場 H_2 は、それぞれのコイルへの通電電流 i_1, i_2 を例えば正弦波的に変化させ、しかも両者の位相を例えば $\pi/2$ 異ならしめることにより、それぞれ第4図に示されるような同周期で、しかも $\pi/2$ 位相の異なる正弦波状に変化する磁場として印加される。

このような構成において、電気炉4、ヘルムホルツコイル251, 252およびソレノイ

ドコイル26に通電し、連続薄板15を図矢印方向に連続的に等速度で移送すれば、薄板15の所定部分は、電気炉4内を通過する際に所定のごとく加熱され、しかも第4図のように変化する磁場 H_1, H_2 の合成磁場は連続的に一定周期で回転しているので、連続回転するこの合成磁場が薄板15の所定部分に連続的に印加されることになる。この後、薄板15は電気炉4を通過した後冷却され、この結果、薄板面内の誘導磁気異方性は局所的にも等方的となり、本発明所定の効果が実現することになる。

第3図には、更に別の例が示される。第3図においては、非晶質磁性合金材料としては、やはり長尺の連続薄板15を用い、これを例えば巻磁心として、その長手方向に例えば円筒状に巻き、この巻回された薄板15に本発明の処理が施される。この場合、この円筒状に巻かれた薄板15は、電磁石21, 23内に配置され、又この電磁石21, 23には正

弦波電流 i_1 が通電可能とされ、そのとき巻回された薄板15には、例えば第4図に示されるような磁場 H_1 がその巾方向、すなわち巻軸と平行に印加される。他方巻回された薄板15には、巻線3が巻装され、巻線3には、上記 i_1 と同周期で $\pi/2$ 位相の異なる正弦波電流 i_2 が通電可能とされ、そのとき薄板15の長手方向には、第4図に示されるような磁場 H_2 が発生するようにされる。

このように構成において、電気炉4に通電し、しかも電磁石21, 23には正弦波電流 i_1 を、又巻線3には正弦波電流 i_2 を通電すれば、巻回された薄板15には、その長手方向に第4図の交流磁場 H_2 が、又その巾方向に第4図の交流磁場 H_1 が印加され、 H_1 と H_2 の合成磁場は一定方向に一定周期で回転する。一定時間後電気炉4の通電を切り、冷却すれば、薄板15中に誘起される磁気異方性は局所的にも等方的になり、本発明所定の効果が実現する。

以上詳述してきた本発明の処理を施された非晶質磁性合金材料は、実質的に磁気異方性を有しない等方的なものである。この場合、実質的に磁気異方性を有しない等方的なものであるとは、巨視的にみたときも、又微視的にみたときの100 μ m程度の領域内においても、実質的に等方的であるということである。従つて本発明における非晶質合金の薄板を試料として、常法に従い、強磁性共鳴やトルク曲線の測定を行えば、巨視的に等方的であることから、外部磁場の角度によつて共鳴線の共鳴磁界が実質的に不変であり、共鳴磁界の角度依存性は非常に小であり、又微視的にも等方的であることから、共鳴線の半値巾は非常に小さくなつてゐる。この場合、通常は、強磁性共鳴は、円板状の試料を強磁性共鳴キャビティ内にセツトし、9.34(GHz)のマイクロ波を当て、又1300 Oe程度の外部磁場を試料面内に印加し、磁場印加方向を面内で回転させて調定すればよく、このとき、共鳴磁界

の角度依存性として、異方性磁界 H_a と固有共鳴磁界 H_0 との比 H_a/H_0 を測定すれば、本発明の薄板材料では H_a/H_0 は 10% 以下、特に 5% 以下程度の値が得られる。これに対し、急冷直後の薄板では H_a/H_0 は概ね 20% 程度、又前記静磁場中での熱処理を施した場合には H_a/H_0 は概ね 15% 程度である。又このとき共鳴線の半値巾 ΔH を H_0 で規格化した値 $\Delta H/H_0$ は、本発明の処理を施した薄板材料では約 30% 程度以下であり、一万急冷直後および静磁場熱処理後の場合には、それぞれ概ね 50% 以上および 30~40% 程度である。又、トルク磁力計を用い、試料薄板の面内トルク曲線を測定し、回転角 0~180° 内におけるピーク数を観察したときには、明瞭なピークは全く現われない。これに対し、急冷直後、無磁場中での熱処理後、あるいは静磁場中での熱処理後におけるそれぞれの場合には、その大小に差があるが、通常、明瞭なあるいは弱い 1 本のピークが現われる。

り、20mmφ の円板状に打抜いた。この打抜き円板に対し、第 1 図に示される装置を用い、本発明の処理を施した。すなわち、装置全体は 10^{-1} Torr 真空下におき、電磁石 21, 23 により 10 K Oe の磁場を印加しつつ、円板状の薄板 1 を 10 rpm で 図矢印 a 方向に連続的に回転した。一万、このような回転を行いつつ、電氣炉 4 に通電し、薄板 1 を 350℃ に加熱保持し、この温度に 40 分間保持した後、電氣炉 4 の通電を止め、真空中で回転磁場を印加しながら徐冷を行つた。

このようにして得た本発明の円板状薄板 (試料 A) に対し、トルク磁力計を用いトルク曲線を測定したところ、明瞭なピークは全く存在しなかつた。

次いで、このような処理を施した円板から、エンタングにより内径 5mmφ、外径 15mmφ のリングを得、このリング 30 枚を用い、層間焼結を行い積層した。この積層体に対し、磁力 H_c 、残留磁束密度 B_r 、および 1 KHz で

以上詳述してきた本発明によつて得られる非晶質磁性合金材料は、磁気ヘッド用、各種磁心用、あるいはその他の種々の用途に用いて、きわめてすぐれた特性を発揮する。

以下、本発明の実施例を掲げ、本発明を更に詳細に説明する。

実施例 1

($\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$)₉₀Zr₁₀ の組成となるように各原料を秤量し、タンマン炉にて、アルゴンガス気流中で溶解した。この溶解した合金を石英管で数上げ、急冷し合金を調整した。

次いで、この母合金を溶解後、 $10^\circ\text{C}/\text{sec}$ 程度の冷却速度で急冷して、厚さ 30μm、幅 3mm の長尺の薄板を作成した。この薄板に対し X 線回折および電子線回折を行つたところ、結晶構造を示す回折線は全く検出されなかつた。又、この薄板の結晶化温度 (T_{cry}) は 490℃、キュリー点 (T_c) は 550℃ であり、その B_s は 9.8 KG であつた。

次に、得られた薄板を超硬合金の金型によ

の 10 m Oe 磁場下の突効透磁率 μ_e をそれぞれ測定した。結果を下記表 1 に示す。

これに対し比較のため、急冷直後の薄板 (試料 B) につき、上記同様のリングを得、上記と全く同様にして H_c 、 B_r および μ_e を測定して、表 1 に示される結果を得た。

更に比較のため、上記急冷直後の薄板から上記同様のリングを得、これに巻線を施し、真空中でリング周方向に 20 Oe 磁場を印加しつつ、やはり 350℃、40 分間の熱処理を施し、その後徐冷した薄板 (試料 C) につき、上記と全く同様にして、 H_c 、 B_r および μ_e を測定したところ、表 1 に併記される結果を得た。なお、このようにして静磁場処理を施したリング (試料 C) につき、リングからエンタングにより 5mmφ の円板を抜き、そのトルク曲線を測定したところ、明瞭な一軸性の磁気異方性が観察された。

表 1

試料	処理	μc	Hc [mOe]	Br [KG]
A	本発明	15,000	28	3.5
B	—	1,500	80	1.2
C	静磁場	1,000	25	6.5

表1の結果から、本発明の処理を施した材料は、実効透磁率 μc が殆どと向上していることがわかる。

実施例2

($\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$)₉₀Zr₁₀の組成の30 μ m厚の非晶質磁性合金材料の長尺薄板を実施例1と同様に作成し、本発明の効果を確認した。なお、この合金のBsは15.7KG、Tcは380℃、T_{cr}は490℃であつた。

この場合、薄板から実施例1と同様に3種のリング状試料(リード)を得た。このうち試料Dは、加熱処理が300℃、60分間である他は、実施例1と全く同様に円板薄板に対する

本発明にかける一磁域において用いる装置の1例を示す図面であり、第4図は、例えば第2図および第3図に示されるような装置を用いる場合、発生せしめる2つの外部磁場H₁、H₂の磁場強度(H)の時間(t)に対する変化の1例を示す図面である。

1, 15 非晶質磁性合金材料

代理人 石 井 博 一

し本発明の処理を施した使用リング状に扱いたものであり、更に試料Dは、リング状に扱いた後、実施例1と同様に磁場を施し、200eの周方向磁場を印加しつつ、300℃、60分間の熱処理を施したものである。これら試料リードにつき、実施例1と同様に磁域を形成し、磁気損失W、 μc 、BrおよびHcを測定した。結果を下記表2に示す。

表 2

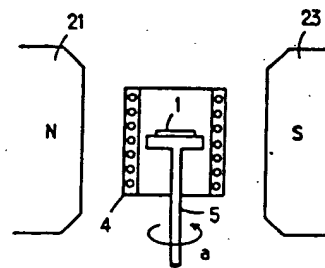
試料	処理	W [mW/cm]	μc	Hc [mOe]	Br [KG]
D	本発明	0.8×10^{-2}	4,000	45	8
B	—	4.0×10^{-2}	1,000	100	2.1
F	静磁場	2.0×10^{-2}	3,000	40	14.4

表2の結果から、磁気損失および μc の点で、本発明の場合が最もすぐれていることがわかる。

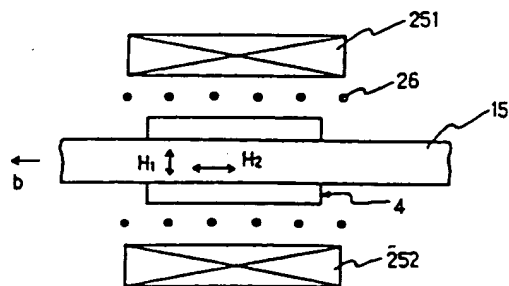
4. 図面の簡単な説明

第1図、第2図および第3図は、それぞれ

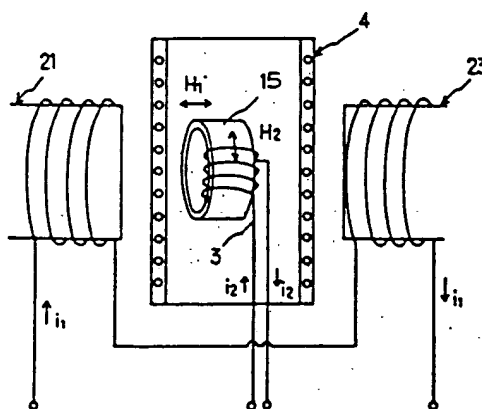
第 1 図



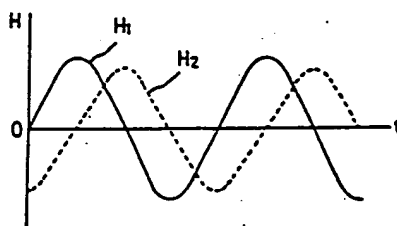
第 2 図



第 3 図



第 4 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.